

· 加工炮制与养护 ·

## 酒黄精饮片质量标准研究

雷高明, 冯卫生, 冯云霞, 杨云\*  
(河南中医学院药学院, 河南 郑州 450008)

**摘要** 目的: 完善酒黄精饮片的质量标准。方法: 在 2010 年版中国药典基础上, 增加了还原糖含量测定、水溶性浸出物、酸不溶性灰分和 5-羟甲基糠醛的限量检查等项目。结果: 酒黄精饮片的还原糖不得少于 34.0%, 水溶性浸出物含量不得少于 19.0%, 酸不溶性灰分含量不得超过 0.2%, 5-羟甲基糠醛含量不得超过 0.02%。结论: 在药典基础上, 对酒黄精质量标准进行了完善。

**关键词** 酒黄精; 质量标准; 还原糖; 水溶性浸出物; 5-羟甲基糠醛

中图分类号: R283.3 文献标识码: A 文章编号: 1001-4454(2011)09-1346-03

### Quality Standard of Stewed Rhizoma Polygonati with Yellow Wine

LEI Gao-ming, FENG Wei-sheng, FENG Yun-xia, YANG Yun

(Pharmacy college, Henan College of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008, China)

**Abstract** Objective: To improve the quality standard of stewed Rhizoma Polygonati with yellow wine. Methods: On the basis of Chinese Pharmacopoeia 2010, some items were added, which included assay of reducing sugars, water-soluble extracts, acid insoluble ash content and 5-hydroxymethylfurfural. Results: Reducing sugars was no less than 34.0%, water-soluble extracts no less than 19.0%, acid insoluble ash content no more than 0.2%, 5-hydroxymethylfurfural no more than 0.02%. Conclusion: The quality standard of stewed Rhizoma Polygonati with yellow wine is improved on the basis of Chinese Pharmacopoeia.

**Key words** Stewed Rhizoma Polygonati with yellow wine; Quality standard; Reducing sugar; Water-soluble extracts; 5-hydroxymethylfurfural

黄精(Rhizoma Polygonati)是百合科植物黄精 *Polygonatum sibiricum* Red.、多花黄精 *Polygonatum cyrtoneura* Hua. 或滇黄精 *Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl. 的干燥根茎。具有补气养阴、健脾益肾、润肺之功效,用于脾胃阴虚、肺虚燥咳、精血不足等证。

黄精炮制的目的是为了消除生黄精的刺激性和毒性,炮制方法主要有酒蒸或酒炖,一般以浸出物和多糖含量等作为衡量指标。2010年版中国药典对酒黄精的质量控制作了相应规定<sup>[1]</sup>,但笔者认为仍有必要改进提高。黄精所含成分复杂多样,无法建立针对单一成分的质量标准,而故应结合含量测定、高效液相指纹图谱等方法进行多指标综合评价,以便能够全面地评价酒黄精的质量。

#### 1 材料

1.1 仪器 LC-20A 高效液相色谱仪( SPD-20A 紫外检测器,日本岛津) ,SGD-III 型全自动还原糖测定仪(山东省科学院生物中心研制) ,DHG-9146A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司) ,UV-2201 型紫外可见分光光度计(日本岛津) ,Satur-

is BS210S 型电子天平(塞多利斯公司) ,METTLER AE240 电子分析天平(瑞士) ,TP600 超声波提取器(北京天鹏电子新技术有限公司) ,马福炉,水分测定管等。

1.2 试剂 甲醇为色谱纯(天津四友) ,甲苯(天津市科密欧化学试剂厂) ,无水葡萄糖(天津市科密欧化学试剂开发中心) ,无水乙醇(天津市凯通化学试剂厂) ,盐酸、苯酚、浓硫酸、硝酸银等均为分析纯,黄酒(濮阳亚光制药厂,酒精度  $\geq 12\%$ ) ,蒸馏水,无灰滤纸。

1.3 材料 黄精样品于 2006 年 9 月采自河南省洛阳市龙峪湾,经河南中医学院董诚明教授鉴定为百合科植物黄精(*Polygonatum sibiricum* Red.) 的干燥根茎。酒黄精中试样品:取鲜黄精,除去芦头、须根及泥沙后,清蒸 1 h,干燥,得净黄精。取净黄精,置不锈钢锅中,加黄酒 20%,至黄酒吸尽,然后置蒸锅中炖制 25 h,取出 70℃ 干燥 5 h,放凉,切厚片,即得酒黄精样品,共制备 10 批,分别记为 S1-S10。

#### 2 方法与结果

##### 2.1 还原糖的含量测定

收稿日期:2011-04-08

基金项目:河南省重大科技攻关项目(200422030700)

作者简介:雷高明(1982-) ,男,硕士,讲师,从事天然药物化学和药学研究工作; Tel: 13643868610, E-mail: leigm1982@163.com。

\* 通讯作者:杨云, Tel: 0371-65680105, E-mail: yyun@china.com.cn。

2.1.1 测定还原糖的原因: 黄精低聚糖具有增强小鼠免疫活性的作用<sup>(2)</sup>, 可作为评价酒黄精质量的指标。低聚糖主要是还原糖, 因此采用还原糖含量测定仪测定黄精炮制品中还原糖的含量。

2.1.2 样品含量测定<sup>(3)</sup>: 无水葡萄糖对照品溶液: 取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖1.0 g, 精密称定, 置100 mL容量瓶中, 加0.1 mL盐酸, 加蒸馏水制成每1 mL含10 mg的溶液, 即得。

供试品溶液: 取各供试品粉末约2.0 g, 精密称定, 加80%乙醇60 mL于圆底烧瓶中, 90℃水浴回流提取1 h, 滤过, 用80%热乙醇洗涤药渣3次, 合并滤液, 定容至100 mL容量瓶中, 摇匀。精密移取上述乙醇溶液50 mL于蒸发皿中, 90℃水浴上挥干溶剂, 用蒸馏水溶解, 转移至50 mL容量瓶中, 用少量蒸馏水洗涤蒸发皿数次, 定容至刻度, 摇匀。

分别精密吸取上述对照品溶液与供试品溶液各0.5 mL, 注入还原糖测定仪反应池中, 测定, 即得。10个批次的酒黄精中试样还原糖含量的平均值为42.98%。暂定酒黄精的还原糖不得少于34.0%。

2.2 水溶性浸出物 中国药典<sup>(1)</sup>规定了醇溶性浸出物的测定, 笔者在做了醇溶性浸出物测定的基础上, 研究了水溶性浸出物的测定。

按2010版中国药典附录X A浸出物测定法<sup>(1)</sup>测定。取干燥至恒重的酒黄精粉末约3.5 g, 精密称定, 置150 mL锥形瓶中, 精密加水75 mL, 密塞, 称重, 静置1 h后, 连接回流冷凝管, 加热至沸腾, 并保持微沸1 h。放冷后, 取下锥形瓶, 密塞, 再称定重量, 用水补足减失的重量, 摇匀, 用干燥滤器滤过, 精密量取滤液25 mL, 置已干燥至恒重的蒸发皿中, 在水浴上蒸干后, 于105℃干燥3 h, 置干燥器中冷却30 min, 迅速精密称定重量。除另有规定外, 以干燥品计算样品中水溶性浸出物的含量(%)。10个批次的酒黄精中试样水溶性浸出物含量的平均值为24.28%。暂定酒黄精的水溶性浸出物含量不得少于19.0%。

2.3 酸不溶性灰分 按2010版中国药典附录IX K灰分测定法<sup>(5)</sup>所得总灰分, 在坩埚中小心加入稀盐酸约10 mL, 用表面皿覆盖坩埚, 置水浴上加热10 min, 表面皿用热水5 mL冲洗, 洗液并入坩埚中, 用无灰滤纸滤过, 坩埚内的残渣用水洗于滤纸上, 并洗涤至洗液不显氯化物反应为止。残渣连同滤纸移置同一坩埚中, 干燥, 炽灼至恒重。根据残渣重量, 计算样品中酸不溶性灰分的含量(%)。10个批次的酒黄精中试样酸不溶性灰分含量的平均值为

0.15%。暂定酒黄精的酸不溶性灰分含量不得超过0.2%。

2.4 5-羟甲基糠醛的限量

2.4.1 色谱条件<sup>(4)</sup>: 色谱柱 Agilent HC-C<sub>18</sub>柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇: 水(15:85); 流速1.0 mL/min; 检测波长284 nm; 柱温30℃; 进样量5 μL。

2.4.2 供试品溶液的制备: 取各样品约0.2 g, 精密称定, 置150 mL锥形瓶中, 加入80%乙醇20 mL, 称重, 超声提取20 min, 再次称重, 并补足失重。过滤, 取续滤液1 mL, 置5 mL容量瓶中, 用80%乙醇定容, 摇匀。经微孔滤膜(0.45 μm)过滤, 作为供试品溶液。

2.4.3 含量的测定: 精密吸取供试品溶液各5 μL, HPLC法测定, 按外标一点法计算含量, 10个批次的酒黄精中试样5-羟甲基糠醛含量的平均值为0.0095%。暂定酒黄精中5-羟甲基糠醛含量不得超过0.02%。

### 3 讨论

3.1 酒炖黄精饮片质量标准的修订

3.1.1 制法: 取鲜黄精, 除去虫蛀、发霉变质的鲜黄精及杂质, 洗净, 清蒸1 h, 干燥, 即净黄精。取净黄精, 略润, 置不锈钢蒸制容器内, 加20%辅料黄酒拌匀, 每隔3 h翻动药材一次, 闷润至酒吸尽。密闭, 隔水加热, 从水沸腾开始计时, 连续炖制25 h(每隔5 h上下翻动一次), 取出。放入烘箱内, 70℃烘制5 h, 取出, 放凉, 切厚片, 再次放入烘箱内烘制12 h, 取出, 筛去碎屑即得。

3.1.2 还原糖、水溶性浸出物的含量测定和酸不溶性灰分检查: 采用还原糖含量测定仪法测定。还原糖含量不得少于34.0%。按水溶性浸出物测定法项下热浸法<sup>(4)</sup>测定, 不得少于19.0%。按照酸不溶性灰分测定法<sup>(1)</sup>测定, 不得超过0.2%。

3.1.3 5-羟甲基糠醛限量: 按高效液相色谱法<sup>(7)</sup>测定。色谱条件与系统适应性试验, 用十八烷基硅烷键和硅胶为填充剂; 以甲醇-水(15:85)为流动相, 检测波长284 nm。理论板数按5-羟甲基糠醛计算, 应不低于3000。

对照品溶液的制备: 精密称取5-羟甲基糠醛对照品适量, 加甲醇制成每1 mL含4 μg的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取样品粉末(过40目筛)1 g, 精密称定, 加80%乙醇溶液50 mL, 超声提取20 min, 补足失重, 取续滤液5 mL, 微孔滤膜(0.45 μm)过滤, 作为供试品溶液。

测定: 分别精密吸取上述对照品溶液和供试品溶液 5  $\mu\text{L}$  进样测定, 即得。本品按干燥品计算, 5-羟甲基糠醛不得超过 0.02%。

3.2 在 2010 年版中国药典基础上, 对酒黄精质量标准进行了完善。对酒黄精的制法进行了详细的规定, 有比较好的可操作性。对于炮制后的黄精而言, 还原糖含量较高, 活性突出, 更能体现其功效, 所以增加了还原糖的含量测定。同时, 还原糖为水溶性分子, 故增加水溶性浸出物一项, 以便更准确地进行质量控制。另外, 5-羟甲基糠醛是一种副产物, 会产生一定的副作用, 因此, 也应对其进行限量检查。

3.3 对酒黄精的质量标准进行了完善。在 2010 年版药典基础上, 增加了还原糖含量测定、水溶性浸出

物、酸不溶性灰分和 5-羟甲基糠醛的限量检查等项目, 改进和完善了酒黄精的质量标准。

#### 参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 288, 附录 36-38, 53, 62.
- [2] 杨云, 王爽, 冯云霞, 等. 黄精中小分子糖对小鼠免疫功能的影响[J]. 中国组织工程研究与临床康复, 2009, 13(18): 3447-3450.
- [3] 史建国, 杨明慧, 邱维忠, 等. 还原糖测定仪的研制[J]. 山东科学, 1999, 12(4): 55-59.
- [4] 杨云, 许闽, 冯云霞, 等. 黄精不同炮制品中 5-羟甲基糠醛的含量测定[J]. 中药材, 2008, 31(1): 17-18.

## 蜜百合质量标准的研究

殷放宙, 李林, 姚庆, 黄玮, 陈建伟, 陆兔林, 蔡宝昌  
(南京中医药大学, 江苏 南京 210029)

**摘要** 目的: 建立蜜百合的质量控制方法。方法: 对 14 批蜜百合饮片进行了水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物及总多糖含量的测定。结果: 拟定蜜百合的水分不得超过 13.0%, 总灰分不得超过 5.0%, 酸不溶性灰分不得超过 0.2%, 浸出物不少于 25.0%, 总多糖含量不低于 19.0%。结论: 该方法为蜜百合的饮片质量标准的制定提供了科学依据。

**关键词** 百合; 蜜炙品; 总多糖; 质量标准

中图分类号: R283 文献标识码: A 文章编号: 1001-4454(2011)09-1348-04

百合为百合科植物卷丹 *Lilium lancifolium* Thunb.、百合 *Lilium brownii* F. E. Brown var. *viridulum* Baker 或细叶百合 *Lilium pumilum* DC. 的干燥肉质鳞叶。具有养阴润肺, 清心安神之效, 用于阴虚燥咳、劳嗽咳血、虚烦惊悸、失眠多梦、精神恍惚。临床上百合常用的饮片有生百合及蜜百合, 经蜜制后, 可增强润肺止咳的作用, 用于肺虚久咳、肺癆咳嗽、痰中带血及肺阴亏损、虚火上炎等证。但目前关于蜜百合饮片的质量无相应的控制方法, 本文收集多批蜜百合饮片对其质量标准进行了系统的研究。

### 1 仪器与材料

1.1 试药 紫外分光光度计(UV2401), 浓硫酸、蒽酮、95% 乙醇均为分析纯。D-无水葡萄糖(110833-200503)对照品、百合对照药材均购自中国药品生物制品检定所。

1.2 材料 从不同产地收集 14 批蜜百合, 样品均经南京中医药大学陈建伟教授鉴定为百合科植物卷丹的干燥肉质鳞叶的蜜炙加工品。见表 1。

### 2 方法与结果

2.1 粉末显微鉴别 按中国药典附录显微鉴别法鉴别, 本品粉末黄色或棕黄色, 味微甘、苦。薄壁细胞壁稍厚, 有的连珠状, 内含糊化淀粉或含颗粒状物; 淀粉粒多已糊化, 未糊化淀粉粒长卵形、类圆形、肾形或不规则形, 有一端较尖, 直径 4~29  $\mu\text{m}$ , 长至 46  $\mu\text{m}$ ; 脐点不明显, 人字状或短缝状, 多位于较小端; 层纹隐约可见。表皮细胞垂周壁稍厚, 有的连珠状; 气孔类圆形, 不定式, 副卫细胞 3~5 个, 保卫细胞有纹理。螺旋、网纹导管直径至 30  $\mu\text{m}$ 。蜜百合显微鉴定图见图 1。

收稿日期: 2011-03-02

基金项目: 国家自然科学基金(30701108); 2010 版中国药典标准研究项目(YZ-104); “十一五”国家科技重大专项(2009ZX09308-004)

作者简介: 殷放宙(1976-), 女, 博士, 实验师, 主要从事中药炮制研究; Tel: 025-86798281, E-mail: yfz2003@163.com.